

Selulosa alfa, beta dan gama dalam pulp

Alpha-, beta- and gamma-cellulose in pulp

(T 203 cm-09, IDT)



© BSN 2017

Hak cipta dilindungi undang-undang. Dilarang mengumumkan dan memperbanyak sebagian atau seluruh isi dokumen ini dengan cara dan dalam bentuk apapun serta dilarang mendistribusikan dokumen ini baik secara elektronik maupun tercetak tanpa izin tertulis dari BSN

BSN
Email: dokinfo@bsn.go.id
www.bsn.go.id

Diterbitkan di Jakarta

*"This Standard is identical to **T 203 cm-09, Alpha-, beta- and gamma-cellulose in pulp**, Copyright TAPPI, 15 Technology Parkway S, Suite 115, Peachtree Corners, GA., USA, pursuant to license with TAPPI. Reprinted by permission of TAPPI."*

*TAPPI has authorized the distribution of this translation of **SNI 8400:2017**, but recognizes that the translation has gone through a limited review process. TAPPI neither represents nor warrants that the translation is technically or linguistically accurate. Only the English edition as published and copyrighted by TAPPI shall be considered the official version. Reproduction of this translation, without TAPPI's written permission is strictly forbidden under U.S. and international copyright laws.*



Daftar isi

| | |
|----------------------------|----|
| Daftar isi..... | i |
| Prakata | ii |
| 1 Ruang lingkup..... | 1 |
| 2 Ringkasan..... | 1 |
| 3 Pengertian | 1 |
| 4 Definisi | 1 |
| 5 Peralatan | 1 |
| 6 Pereaksi..... | 3 |
| 7 Pengambilan contoh | 5 |
| 8 Contoh uji..... | 5 |
| 9 Prosedur | 5 |
| 10 Perhitungan | 9 |
| 11 Laporan..... | 9 |
| 12 Presisi | 9 |
| 13 Kata kunci..... | 11 |
| 14 Informasi tambahan..... | 11 |
| Bibliografi | 13 |

Prakata

Standar Nasional Indonesia (SNI) 8400:2017 dengan judul *Selulosa alfa, beta dan gama dalam pulp* merupakan adopsi identik dari TAPPI T 203 cm-09, *Alpha-, beta- and gamma-cellulose in pulp* dengan metode terjemahan dua bahasa (*bilingual*). Standar ini merevisi SNI 0444:2009, *Pulp-Cara uji kadar selulosa alfa, beta, gamma*. Revisi ini juga dimaksudkan untuk harmonisasi dengan standar internasional yang berlaku.

Apabila pengguna menemukan keraguan dalam standar ini maka disarankan untuk melihat standar aslinya yaitu TAPPI T 203 cm-09.

SNI ini disusun sesuai dengan ketentuan yang diberikan dalam:

- a) Pedoman Standardisasi Nasional PSN 03.1:2007, Adopsi Standar Internasional dan Publikasi Internasional lainnya, Bagian 1: Adopsi Standar Internasional menjadi SNI (ISO/IEC Guide 21-1:2005, *Regional or national adoption of International Standards and other International Deliverables – Part 1: Adoption of International Standards, MOD*).
- b) Peraturan Kepala Badan Standardisasi Nasional Nomor 4 Tahun 2016 tentang Pedoman Penulisan Standar Nasional Indonesia.

Standar ini disusun oleh Komite Teknis 85–01 Teknologi Kertas. Standar ini telah dikonsensuskan di Bogor pada tanggal 27 sampai dengan 29 Oktober 2016. Konsensus ini dihadiri oleh para pemangku kepentingan (*stakeholder*) terkait, yaitu perwakilan dari produsen, konsumen, pakar dan pemerintah.

Standar ini telah melalui tahap jajak pendapat pada tanggal 20 Februari 2017 sampai dengan 22 Maret 2017 dengan hasil akhir disetujui menjadi SNI.

Perlu diperhatikan bahwa kemungkinan beberapa unsur dari dokumen standar ini dapat berupa hak paten. Badan Standardisasi Nasional tidak bertanggung jawab untuk pengidentifikasian salah satu atau seluruh hak paten yang ada.

Selulosa alfa, beta dan gama dalam pulp

1 Ruang lingkup

Metode penentuan selulosa alfa, beta dan gama ini hanya dapat diterapkan untuk pulp putih atau pulp yang didelignifikasi. Pulp belum putih dan semi putih harus didelignifikasi terlebih dahulu sebelum diuji.

2 Ringkasan

Pulp diekstraksi secara berturut-turut dengan larutan natrium hidroksida 17,5 % dan 9,45 % pada suhu 25 °C. Bagian yang larut mengandung selulosa beta dan gama, ditentukan secara volumetrik dengan oksidasi menggunakan kalium dikromat, sedangkan selulosa alfa merupakan bagian yang tidak larut dan diperoleh dari selisihnya (lihat Catatan 6).

3 Pengertian

3.1 Pemisahan selulosa dalam pulp menjadi bagian-bagian selulosa alfa, beta dan gama adalah prosedur empiris, awalnya dirancang oleh Cross dan Bevan (1) sekitar tahun 1900, dan telah digunakan secara meluas untuk mengevaluasi pulp dengan berbagai tujuan, seperti karakteristik pemeraman dan respon terhadap operasi penggilingan. Pada bentuk yang dimodifikasi, metode pertama kali diadopsi sebagai standar tentatif TAPPI pada tahun 1931 (2).

3.2 Secara umum, selulosa alfa mengindikasikan kandungan selulosa pada pulp yang tidak terdegradasi dan memiliki berat molekul tinggi, selulosa beta mengindikasikan bagian selulosa yang terdegradasi dan selulosa gama sebagian besar terdiri atas hemiselulosa (3, 4).

4 Definisi

Selulosa alfa adalah bagian pulp yang tidak larut dan tahan terhadap larutan natrium hidroksida 17,5 % dan 9,45 % pada kondisi pengujian. Selulosa beta adalah bagian yang larut yang bisa diendapkan dengan larutan asam dan selulosa gama adalah bagian yang tertinggal di dalam larutan.

5 Peralatan

5.1 Alat pendispersi pulp (Gambar 1)¹, terdiri atas motor dengan variabel kecepatan dan pengaduk baja tahan karat dengan pelindung. Kecepatan motor dan sudut baling-baling pengaduk harus disesuaikan sehingga tidak ada udara yang tertarik masuk ke dalam suspensi pulp selama pengadukan.

¹ Nama pemasok bahan dan alat pengujian untuk metode ini dapat ditemukan pada daftar pemasok alat uji, tersedia dalam bentuk CD atau Standar yang telah dicetak, atau pada situs TAPPI halaman *general Standards*.

Alpha, beta and gamma cellulose in pulp

1 Scope

This method for determination of alpha, beta and gammacellulose can be applied to bleached or delignified pulps only. Unbleached and semi-bleached pulps must be delignified before testing.

2 Summary

Pulp is extracted consecutively with 17.5 % and 9.45 % sodium hydroxide solutions at 25°C. The soluble fraction, consisting of beta and gamma celluloses, is determined volumetrically by oxidation with potassium dichromate, and the alpha cellulose, as an insoluble fraction, is derived by difference (see Note 6).

3 Significance

3.1 Separation of the cellulose in pulp into alpha, beta and gamma cellulose fractions is an empirical procedure, originally devised by Cross and Bevan (1) around 1900, and has been widely used to evaluate pulps for various purposes, such as aging characteristics and response to refining operations. In a modified form, the method was adopted first as a TAPPI tentative standard in 1931 (2).

3.2 In general, the alpha cellulose indicates undegraded, higher-molecular-weight cellulose content in pulp; the beta cellulose indicates that of a degraded cellulose, and the gamma cellulose consists mainly of hemicellulose (3,4).

4 Definitions

Alpha cellulose is the pulp fraction resistant to 17.5 % and 9.45 % sodium hydroxide solution under conditions of the test. Beta cellulose is the soluble fraction which is reprecipitated on acidification of the solution; gamma cellulose is that fraction remaining in the solution.

5 Apparatus

5.1 Pulp dispersion apparatus (Fig. 1)¹, consisting of a variable speed motor and a stainless steel stirrer with a shell. The speed of the motor and the angle of the blades should be adjusted so that no air is drawn into the pulp suspension during stirring.

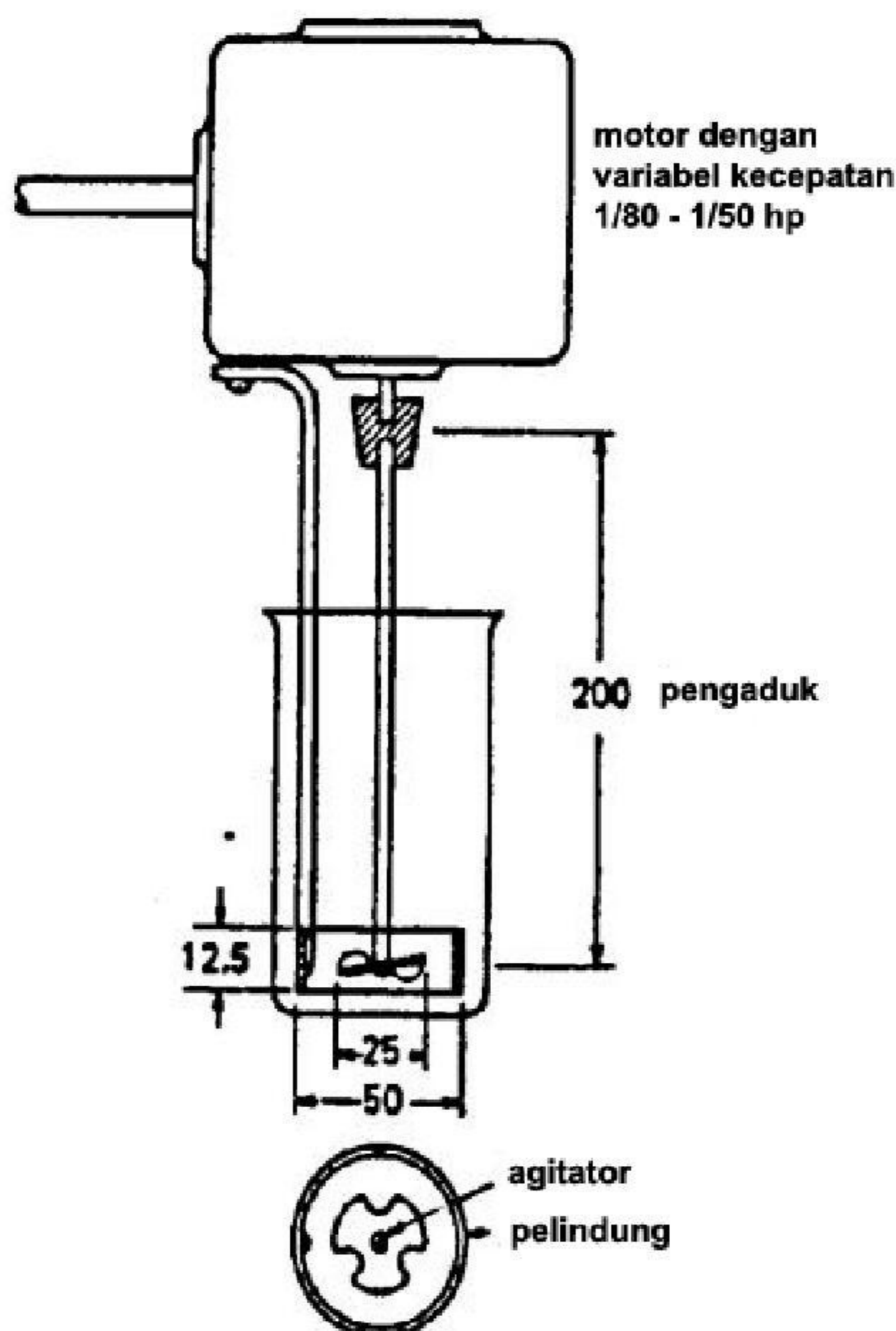
¹ Names of suppliers of testing equipment and materials for this method may be found on the Test Equipment Suppliers list, available as part of the CD or printed set of Standards, or on TAPPI website general Standards page.

5.2 Penangas air, untuk mengatur suhu $25\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 0,2\text{ }^{\circ}\text{C}$.

5.3 Pengatur waktu, *stop watch*, atau pengatur waktu elektrik.

5.4 Corong saring atau masir 50 mL atau 100 mL dengan gelas *fritted* porositas 40 mm sampai 60 mm.

5.5 Alat gelas lain; gelas piala tinggi 300 mL; pipet volume 10 mL, 25 mL, 50 mL dan 75 mL; buret 50 mL; labu 250 mL dan 300 mL; labu penyaring 250 mL; gelas ukur 25 mL, 50 mL dan 100 mL; batang pengaduk gelas.



Gambar 1 - Alat pendispersi pulp (dimensi dalam mm)

6 Pereaksi

6.1 Larutan natrium hidroksida 17,5 % b/b, 5,21 N \pm 0,005 N, bebas karbonat. Siapkan larutan natrium hidroksida pekat (sekitar 50 %) dan biarkan hingga suspensi karbonat yang terbentuk mengendap. Dekantasi larutan jernih, kemudian diencerkan dengan air suling bebas CO₂ dan sesuaikan normalitasnya hingga 5,21 N \pm 0,005 N.

6.2 Larutan kalium dikromat, 0,5 N. Larutkan 24,52 g $K_2Cr_2O_7$ dalam air suling dan encerkan hingga 1.000 mL.

6.3 Larutan ferro ammonium sulfat, 0,1 N. Larutkan 40,5 g $\text{Fe}(\text{NH}_4)_2(\text{SO}_4)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ dalam air suling, tambahkan 10 mL H_2SO_4 pekat dan encerkan hingga 1.000 mL. Larutan ini tidak stabil dan tentukan normalitasnya setiap akan digunakan dengan larutan baku kalium dikromat 0,1 N.

- 5.2** Constant temperature bath, to maintain a temperature of $25^{\circ}\text{C} \pm 0.2^{\circ}\text{C}$.
- 5.3** Timer, stop watch or electric timer.
- 5.4** Filtering funnel or crucible, 50 mL or 100 mL, with a fritted glass disk of coarse (40 mm sampai 60 mm) porosity
- 5.5** Other glassware: beakers, tall-form, 300 mL; pipets, 10 mL, 25 mL, 50 mL, and 75 mL; buret 50 mL; flasks, 250 mL and 300 mL; filtering flasks, 250 mL; graduated cylinders, 25 mL, 50 mL, and 100 mL; glass stirring rods.

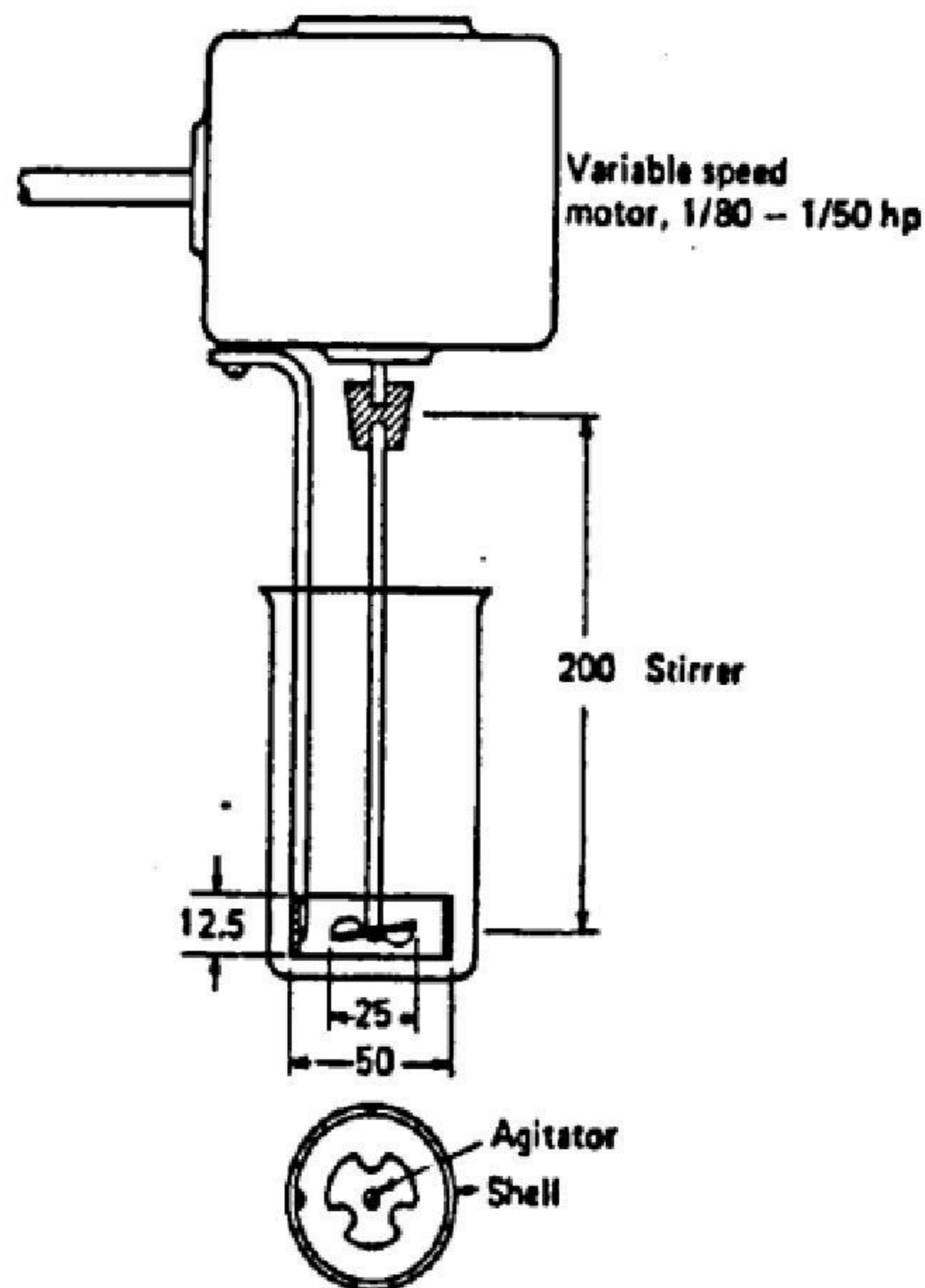


FIG. 1 - Pulp dispersion apparatus. (Dimensions are in mm)

6 Reagents

- 6.1** Sodium hydroxide solution, 17.5 % NaOH by weight, $5.21 \text{ N} \pm 0.005 \text{ N}$, carbonate free. Prepare a concentrated (about 50 %) NaOH solution and let stand until the suspended carbonates have settled. Then decant the clear solution, dilute with CO_2 -free (recently boiled) distilled water, and adjust the normality as specified to $5.21 \text{ N} \pm 0.005 \text{ N}$.
- 6.2** Potassium dichromate solution, 0.5 N. Dissolve 24.52 g of $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ in water and dilute to 1.000 mL.
- 6.3** Ferrous ammonium sulfate solution, 0.1 N. Dissolve 40.5 g of $\text{Fe}(\text{NH}_4)_2(\text{SO}_4)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ in water, add 10 mL of concentrated H_2SO_4 , and dilute to 1000 mL. The solution is not stable and the exact normality should be determined daily by titration with 0.100 N potassium dichromate standard solution

6.4 Fenantrolin-ferro sulfat. Larutkan 1,5 g 1,10-fenantrolin monohidrat, $C_{12}H_8N_2 \cdot H_2O$ dan 0,7 g $FeSO_4 \cdot 7H_2O$ dalam 100 mL air suling. Larutan indikator ini tersedia di pasaran dengan nama "ferroin".

6.5 Asam sulfat pekat. 96 % sampai 98 %, *sp gr* 1,84.

6.6 Asam sulfat 3 N. Tambahkan 83,5 mL asam sulfat pekat ke dalam air suling dan encerkan hingga 1.000 mL.

7 Pengambilan contoh

7.1 Dapatkan contoh pulp putih yang mewakili setara sekitar 5 g berat kering oven sesuai dengan prosedur TAPPI T 210 "*Weighing, Sampling and Testing for Moisture*" atau prosedur pengambilan contoh pulp lain yang sesuai.

7.1.1 Jika contoh adalah lembaran pulp, bagi dalam bentuk lapisan-lapisan tipis dan sobek dengan menggunakan tangan menjadi bagian-bagian kecil dengan ukuran sekitar 10 mm. Pulp jangan dipotong atau dicabik dengan menggunakan alat mekanik.

7.1.2 Jika contoh adalah bubur pulp, hilangkan air dengan penyaringan dan tekan diantara kertas hisap. Sobek pulp menjadi bagian-bagian kecil dan keringkan langsung di udara terbuka atau dalam oven dengan suhu tidak lebih dari 60 °C.

8 Contoh uji

Kondisikan contoh hingga mencapai kesetimbangan kelembapan dengan lingkungan di dekat neraca, simpan di dekat neraca dan timbang dua contoh uji masing-masing 1,5 g \pm 0,1 g sampai 0,1 mg terdekat. Pada waktu yang sama timbang contoh uji porsi lain untuk penentuan kadar air. Lihat TAPPI T 550 "*Determination of Equilibrium Moisture in Paper and Paperboard for Chemical Analysis*".

9 Prosedur

9.1 Masukkan contoh uji ke dalam gelas piala tinggi 300 mL dan tambahkan 75 mL larutan NaOH 17,5 %, sebelumnya sesuaikan dulu pada suhu 25 °C \pm 0,2 °C. Catat waktu pada saat larutan NaOH ditambahkan.

9.2 Aduk pulp dengan alat sampai terdispersi sempurna. Hindari terjadinya gelembung udara dalam suspensi pulp selama proses pengadukan.

CATATAN 1 Beberapa pulp dapat mudah terdispersi dengan pengadukan dan maserasi menggunakan batang pengaduk; tetapi dispersi sempurna sangat penting dan nilai selulosa alfa yang terlalu tinggi akan dihasilkan jika pulp tidak terdispersi dengan sempurna.

9.3 Ketika pulp telah terdispersi, angkat pengaduk dan bersihkan pulp yang menempel dengan ujung batang pengaduk. Cuci pengaduk dengan 25 mL larutan NaOH 17,5 %, tambahkan ke dalam gelas piala, sehingga total larutan yang ditambahkan ke dalam pulp adalah 100 mL. Aduk suspensi pulp dengan batang pengaduk dan simpan dalam penangas 25 °C \pm 0,2 °C.

6.4 Phenanthroline - ferrous sulfate. Dissolve 1.5 g of 1, 10-phenanthroline monohydrate, $C_{12}H_8N_2 \cdot H_2O$ and 0.7 g of $FeSO_4 \cdot 7H_2O$ in 100 mL of water. The indicator solution is also available commercially as "Ferroin".

6.5 Sulfuric acid, concentrated H_2SO_4 , 96 % to 98 %, sp gr 1.84.

6.6 Sulfuric acid, 3 N. Add 83.5 mL of concentrated H_2SO_4 to an excess of water and dilute to 1 000 mL.

7 Sampling

7.1 Obtain a representative sample of bleached pulp equivalent to about 5 g oven-dry in accordance with the sampling section of TAPPI T 210 Weighing, Sampling, and Testing Pulps for Moisture or another appropriate sampling procedure.

7.1.1 If the sample is a pulp sheet, split it in layers and tear by hand in small pieces about 10 mm across. Do not cut or shred the pulp by mechanical devices.

7.1.2 If the sample is a slush pulp, remove water by filtering and by pressing between blotters. Tear the pulp in small pieces and dry thoroughly in air or in an oven at a temperature not higher than 60 °C.

8 Test specimen

Allow the sample to come to moisture equilibrium in the atmosphere near the balance, and weigh out two test specimens of $1.5 \text{ g} \pm 0.1 \text{ g}$ to the nearest 0.1 mg. At the same time weigh out another specimen for moisture determination. See TAPPI T 550 Determination of Equilibrium Moisture in Paper and Paperboard for Chemical Analysis.

9 Procedure

9.1 Place the test specimen in a 300 mL tall form beaker and add 75.0 mL of 17.5 % NaOH reagent, adjusted previously to $25 \text{ }^{\circ}\text{C} \pm 0.2 \text{ }^{\circ}\text{C}$. Note the time at which the reagent is added.

9.2 Stir the pulp with the apparatus until it is completely dispersed. Avoid drawing air into the pulp suspension during stirring.

NOTE 1 Some pulps can be dispersed readily by stirring and macerating with a glass rod; however, complete dispersion is essential and too high an alpha-cellulose value will be obtained if pulp dispersion is not complete.

9.3 When the pulp is dispersed, raise the stirrer and remove the adhered pulp fibers with a pointed glass rod. Rinse the stirrer with 25.0 mL of 17.5 % NaOH reagent, adding it to the beaker, so that exactly 100.0 mL of the reagent have been added to the pulp. Stir the pulp suspension with a rod and place in a bath at $25 \text{ }^{\circ}\text{C} \pm 0.2 \text{ }^{\circ}\text{C}$.

9.4 Setelah 30 menit sejak penambahan pertama larutan NaOH, tambahkan 100,0 mL air suling suhu $25\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 0,2\text{ }^{\circ}\text{C}$ pada suspensi pulp dan aduk segera dengan batang pengaduk.

9.5 Simpan gelas piala dalam penangas untuk 30 menit selanjutnya sehingga total waktu ekstraksi seluruhnya sekitar $60\text{ menit} \pm 5\text{ menit}$.

9.6 Setelah 60 menit, aduk suspensi dengan batang pengaduk dan tuangkan ke dalam corong saring. Buang 10 mL sampai 20 mL filtrat pertama, kemudian kumpulkan filtrat sekitar 100 mL dalam labu yang kering dan bersih.

PERHATIAN Pulp jangan dibilas atau dicuci dengan air suling dan jaga agar tidak ada gelembung yang melewati pulp pada saat menyaring.

9.7 Penentuan selulosa alfa

9.7.1 Pipet filtrat 25,0 mL dan 10,0 mL larutan kalium dikromat 0,5 N ke dalam labu 250 mL. Tambahkan dengan hati-hati 50 mL H_2SO_4 pekat dengan menggoyang labu (lihat Catatan 3).

9.7.2 Biarkan larutan tetap panas selama 15 menit, kemudian tambah 50 mL air suling dan dinginkan pada suhu ruangan. Tambah 2 tetes sampai 4 tetes indikator Ferroin dan titrasi dengan larutan ferro ammonium sulfat 0,1 N sampai berwarna ungu.

CATATAN 2 Jika tersedia, alat elektrometri seperti pentitar otomatis dapat digunakan tanpa penambahan larutan indikator untuk penentuan titik akhir titrasi, prosedur yang digunakan bisa disesuaikan dengan alat yang digunakan

CATATAN 3 Jika kelarutan pulp tinggi (kandungan selulosa alfa rendah) dan titrasi-balik dikromat kurang dari 10 mL, kurangi volume filtrat menjadi 10 mL dan penambahan asam sulfat menjadi 30 mL.

9.7.3 Lakukan titrasi blanko dengan mengganti filtrat pulp menggunakan 12,5 mL larutan NaOH 17,5 % dan 12,5 mL air suling.

9.8 Penentuan selulosa beta dan gama

9.8.1 Pipet filtrat 50 mL ke dalam gelas ukur 100 mL tertutup. Tambahkan 50 mL H_2SO_4 3 N dan aduk segera dengan membolak-balikkan gelas ukur tersebut.

9.8.2 Panaskan gelas ukur tersebut dengan merendamnya dalam penangas air pada suhu sekitar $70\text{ }^{\circ}\text{C}$ sampai $90\text{ }^{\circ}\text{C}$ beberapa menit untuk mengkoagulasikan selulosa beta. Biarkan endapan mengendap sempurna beberapa jam, lebih baik satu malam, kemudian dekantasi atau saring jika perlu untuk mendapatkan larutan yang jernih.

CATATAN 4 Alat sentrifugasi bisa digunakan untuk pemisahan selulosa beta agar lebih cepat setelah pengendapan.

9.8.3 Pipet 50,0 mL larutan jernih dan 10,0 mL larutan $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ 0,5 N ke dalam labu 300 mL dan tambahkan dengan hati-hati 90 mL H_2SO_4 pekat. Biarkan larutan tetap panas selama 15 menit, kemudian lakukan titrasi seperti pada prosedur butir 9.7.2.

9.8.4 Lakukan titrasi blanko dengan mengganti filtrat pulp menggunakan 12,5 mL larutan NaOH 17,5 %, 12,5 mL air suling dan 25 mL H_2SO_4 3 N.

9.4 After a period of 30 min from the first addition of the NaOH reagent, add 100.0 mL of distilled water at $25\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 0,2\text{ }^{\circ}\text{C}$ to the pulp suspension and stir thoroughly with a rod.

9.5 Leave the beaker in the bath for another period of 30 min so that the total extraction time is $60\text{ min} \pm 5\text{ min}$.

9.6 At the end of the 60 min period, stir the pulp suspension with a rod and transfer to a filtering funnel. Discard the first 10 mL to 20 mL of the filtrate, then collect about 100 mL of the filtrate in a clean and dry filtration flask.

CAUTION Do not rinse or wash the pulp with water and do not draw air through the pulp on the filter.

9.7 Alpha cellulose determination

9.7.1 Pipet 25.0 mL of the filtrate and 10.0 mL of 0.5 N potassium dichromate solution into a 250 mL flask. Add cautiously, while swirling the flask, 50 mL of concentrated H_2SO_4 (see Note 3).

9.7.2 Allow the solution to remain hot for 15 min, then add 50 mL of water and cool to room temperature.
Add 2 to 4 drops of Ferroin indicator and titrate with 0.1 N ferrous ammonium sulfate solution to a purple color.

NOTE 2 If available, an electrometric apparatus such as an automatic titrator may be used instead of the indicator solution to determine the endpoint of the titration, applying standard techniques used with such equipment.

NOTE 3 If the solubility of a pulp is high (alpha-cellulose content low) and the back-titration of dichromate takes less than 10 mL, reduce the volume of the pulp filtrate to 10 mL and that of the sulfuric acid to 30 mL.

9.7.3 Make a blank titration substituting the pulp filtrate with 12.5 mL of 17.5 % NaOH and 12.5 mL of water.

9.8 Beta and gamma cellulose determination

9.8.1 Pipet 50.0 mL of the pulp filtrate into a 100 mL graduated cylinder having a ground glass stopper. Add 50.0 mL of 3 N H_2SO_4 and mix thoroughly by inverting.

9.8.2 Heat the cylinder submerged in a hot water bath at about $70\text{ }^{\circ}\text{C}$ to $90\text{ }^{\circ}\text{C}$ for a few minutes to coagulate the beta-cellulose. Allow the precipitate to settle for several hours, preferably overnight, then decant or filter, if necessary, to obtain a clear solution.

NOTE 4 A centrifuge may be used for a rapid separation of the beta-cellulose after precipitation.

9.8.3 Pipet 50.0 mL of the clear solution and 10.0 mL of 0.5 N $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ into a 300 mL flask and add cautiously 90 mL of concentrated H_2SO_4 . Allow the solution to remain hot for 15 min, then proceed with titration as outlined in 9.7.2.

9.8.4 Make a blank titration substituting the solution with 12.5 mL of 17.5 % NaOH, 12.5 mL of water and 25 mL of 3 N H_2SO_4 .

10 Perhitungan

10.1 Hitung kandungan selulosa alfa dalam pulp:

$$\text{Selulosa alfa, \%} = 100 - \frac{6,85(V_2 - V_1) \times N \times 20}{A \times W}$$

keterangan:

- V_1 adalah volume titrasi filtrat pulp, mL
 V_2 adalah volume titrasi blanko, mL
 N adalah normalitas larutan ferro ammonium sulfat
 A adalah volume filtrat pulp yang digunakan dalam oksidasi, mL
 W adalah berat contoh uji pulp kering oven, g

CATATAN 5 Secara teoretis, 1 miliekivalen K_2CrO_7 setara dengan 6,75 mg selulosa dan heksosan lainnya, dan 6,60 mg pentosan. Dalam kondisi prosedur pengujian, lebih sedikit oksidan dikonsumsi, dan 1 miliekivalen telah diketahui setara dengan 6,85 mg selulosa dan karbohidrat terlarut lainnya.

10.2 Hitung kandungan selulosa gama dalam pulp:

$$\text{Selulosa gama, \%} = [6,85(V_4 - V_3) \times N \times 20] / [25 \times W]$$

keterangan:

- V_3 adalah volume titrasi larutan setelah pengendapan selulosa beta, mL
 V_4 adalah titrasi blanko, mL

10.3 Perhitungan kandungan selulosa beta dalam pulp

$$\text{Selulosa beta, \%} = 100 - (\text{selulosa alfa \%} + \text{selulosa gama \%})$$

CATATAN 6 Pada oksidasi pertama, bagian yang terlarut total (selulosa beta dan gama) ditentukan, dan selulosa alfa dihitung sebagai bagian yang tidak larut berdasarkan selisih antara jumlah pulp total (100 %) dan bagian yang larut dalam satuan persen. Pada oksidasi kedua, hanya selulosa gama yang ditentukan, dan selulosa beta didapatkan dari selisih antara oksidasi pertama dan oksidasi kedua.

11 Laporan

Laporkan persentase kandungan selulosa alfa, beta dan gama sebagai rata-rata dari dua kali penentuan sampai 0,1 % terdekat.

12 Presisi

12.1 *Repeatability* dari selulosa alfa = 0,4 %; *reproducibility* dari selulosa alfa = 1,3 %; *comparability* = tidak diketahui; sesuai dengan definisi dari istilah tersebut dalam T 1200 "Interlaboratory evaluation of test methods to determine TAPPI repeatability and reproducibility". Nilai tersebut berdasarkan penelitian inter laboratorium yang dilaksanakan oleh lima laboratorium pada empat contoh pulp putih dengan kandungan alfa selulosa dari 83,8 % sampai 96,8 %.

10 Calculations

10.1 Calculate the alpha cellulose content in pulp:

$$\text{Selulosa alfa, \%} = 100 - \frac{6.85(V_2 - V_1) \times N \times 20}{A \times W}$$

where:

- V_1 = titration of the pulp filtrate, mL
- V_2 = blank titration, mL
- N = exact normality of the ferrous ammonium sulfate solution
- A = volume of the pulp filtrate used in the oxidation, mL
- W = oven-dry weight of pulp specimen, g

NOTE 5 Theoretically, 1 milliequivalent of K_2CrO_7 corresponds to 6.75 mg of cellulose and other hexosans, and 6.60 mg of pentosans. Under conditions of the test procedure, less oxidant is consumed, and 1 milliequivalent has been found to correspond to 6.85 mg of cellulose and other dissolved carbohydrates.

10.2 Calculate the gamma cellulose content in pulp:

$$\text{Gamma cellulose, \%} = [6.85(V_4 - V_3) \times N \times 20] / [25 \times W]$$

where:

- V_3 = titration of the solution after precipitation of beta cellulose, mL
- V_4 = blank titration, mL

10.3 Calculate the beta-cellulose content in pulp

$$\text{Beta cellulose, \%} = 100 - (\text{alpha cellulose \%} + \text{gamma cellulose \%})$$

NOTE 6 In the first oxidation, the total dissolved fraction (beta cellulose plus gamma cellulose) is determined, and the alpha cellulose is calculated as an undissolved fraction by difference between the total pulp specimen (100 %) and the dissolved fraction in per cent. In the second oxidation, the gamma cellulose only is determined, and the beta cellulose is found by difference between the first and the second oxidations.

11 Report

Report the percentages of alpha, beta, and gamma cellulose content, as an average of two determinations, to the nearest 0.1 %.

12 Precision

12.1 Repeatability of the alpha cellulose = 0.4 %; reproducibility of the alpha cellulose = 1.3 %; comparability = not known; in accordance with the definition of these terms in T 1200 "Interlaboratory evaluation of test methods to determine TAPPI repeatability and reproducibility"..

Nilai tersebut berdasarkan perbandingan intra laboratorium yang dilakukan pada lima laboratorium yang berbeda dengan empat contoh pulp putih dengan kandungan selulosa alfa 83,8 % hingga 96,8 %.

12.2 *Repeatability* dari selulosa beta = 9,0 %; *reproducibility* dari selulosa gama = 8,5 %; seperti diperoleh pada salah satu laboratorium; *reproducibility* dan *comparability* = tidak diketahui.

13 Kata kunci

Pulp, Selulosa, Selulosa alfa, Selulosa beta, Selulosa gama, Pulp putih, Hemiselulosa

14 Informasi tambahan

14.1 Tanggal efektif terbit: 3 Juni 2009.

14.2 Metode Terkait: CPPA G.29. TAPPI *Useful Method 249 Delignification of Unbleached Pulp (Chlorine Gas Method)* juga dapat digunakan untuk delignifikasi pulp belum putih.

14.3 Metode ini telah diklasifikasi ulang sebagai metode klasik oleh komite pada tahun 1999.



These values are based on an inter laboratory study conducted by five laboratories on four bleached pulp samples with alpha cellulose content from 83.8 % to 96.8 %.

12.2 Repeatability of the beta-cellulose = 9.0 %; repeatability of the gamma-cellulose = 8.5 %, as found in one laboratory; reproducibility and comparability = not known.

13 Keywords

Pulp, Cellulose, Alpha cellulose, Beta cellulose, Gamma cellulose, Bleached pulps, Hemicellulose

14 Additional information

14.1 Effective date of issue: June 3, 2009.

14.2 Related method: CPPA G.29. TAPPI Useful Method 249 Delignification of Unbleached Pulp (Chlorine Gas Method) can also be used for delignification of unbleached pulps.

14.3 This method was reclassified as Classical by committee action in 1999.



Bibliografi

- [1] Cross, C.F., and Bevan, E.J., "Researches on Cellulose" Vol. III, Longmans, Green and Co., London, 1912.
- [2] Willets, W. R., "Determination of Alpha Cellulose," Tech. Assoc. Papers **XIV**: 121 (1931).
- [3] Ranby, B. G., "The Physical Characteristics of Alpha-, Beta- and Gamma-Cellulose," Svensk Papperstid. **55**(4):115 (1952).
- [4] Wilson, K., Ringstrom, E., and Hedlund, I., "The Alkali Solubility of Pulp," Svensk Papperstid. **55**(2):31 (1955).
- [5] Bray, M.W., and Andrews, T.M., "An Improved Method for the Determination of Alpha-, Beta and Gamma Cellulose," Ind. and Eng. Chemistry **15**(4):377 (1923).
- [6] Launer, H.F., "Simplified Volumetric Determination of Alpha, Beta and Gamma Cellulose in Pulps and Papers," J. of Res. N.B.S. **18**:333 (1937).
- [7] Tyden, H., "The Determination of Alpha-, Beta- and Gamma-Cellulose" (Swedish), Svensk Papperstid. 43(12):221 (1940); B.I.P.C. **11**(2):45 (1940).





Informasi pendukung terkait perumus standar

[1] Komtek/SubKomtek perumus SNI

Komite Teknis 85-01 Teknologi Kertas

[2] Susunan keanggotaan Komtek perumus SNI

Ketua : Ir. Edy Sutopo, M.Si.
Sekretaris : Miranti Rahayu, S.T.P
Anggota : Ir. Emil Satria, M.Si.
Arif Usman, S.TP, MT
Dr. Gatot Ibnusantosa
Dra. Nina Elyani, M.Si.
Ir. Lies Indriati
Ir. Syafrul
Dra. Susi Sugesty
Ir. RM. Sunarno
Ir. Lily Sutjiati Tunggal
Dian SR Kusumastuti
Dra. Liana Bratasida, M.Si.

[3] Konseptor rancangan SNI

Balai Besar Pulp dan Kertas

[4] Sekretariat pengelola Komtek perumus SNI

Pusat Standardisasi Industri-Badan Penelitian dan Pengembangan Industri
Kementerian Perindustrian